

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **63177774 A**(43) Date of publication of application: **21.07.88**

(51) Int. Cl. **A23L 2/00**
A23C 9/13
A23C 9/156
A23F 3/16
A23F 5/24
A23L 1/236
C12G 3/04

(21) Application number: **62007002**(22) Date of filing: **14.01.87**(71) Applicant: **AJINOMOTO CO INC**(72) Inventor: **UEDA SHINJI**
NAGANO YOSHIMI**(54) PREPARATION OF ASPARTAME-CONTAINING DRINK****(57) Abstract:**

PURPOSE: To efficiently obtain the titled drink without requiring control of pH, temperature, etc., and using a dissolution adjuvant, etc., by adding specific aspartame crystals as a sweetener to a drink, drink stock solution or drinking water and dissolving the crystals therein.

CONSTITUTION: Crystals of aspartame (α -L-aspartyl-L-phenylalanine methyl ester) exhibiting diffracted X-ray peaks of at least 4.4°, 8.0°, 11.9° and 16.4° diffraction angles measured by powder X-ray diffractometry using CuK α radiation are added and

dissolved in a drink, e.g. cola, soda pop, fruit drink, etc. drink stock solution or drinking water. The resultant drink is then subjected to required treatment, e.g. carbonation, etc., to afford the aimed drink containing the above-mentioned aspartame as all or part of a sweetener.

COPYRIGHT: (C)1988,JPO&Japio

⑫ 公開特許公報 (A) 昭63-177774

⑬ Int. Cl. 4	識別記号	庁内整理番号	⑭ 公開 昭和63年(1988)7月21日
A 23 L 2/00		C-7235-4B	
A 23 C 9/13		8114-4B	
		8114-4B	
A 23 F 3/16		6712-4B	
		6712-4B	
A 23 L 1/236		C-2104-4B	
C 12 G 3/04		7236-4B	
		審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)	

⑮ 発明の名称 アスパルテーム含有飲料の製造法

⑯ 特 願 昭62-7002

⑰ 出 願 昭62(1987)1月14日

⑱ 発 明 者 上 田 信 二 神奈川県川崎市川崎区鈴木町1-1 味の素株式会社中央研究所内

⑲ 発 明 者 永 野 由 巳 神奈川県川崎市川崎区鈴木町1-1 味の素株式会社中央研究所内

⑳ 出 願 人 味の素株式会社 東京都中央区京橋1丁目5番8号

明 細 書

1. 発明の名称

アスパルテーム含有飲料の製造法

2. 特許請求の範囲

1. 甘味料の全部又は一部としてアスパルテームを含有する飲料の製造において、 $\text{CuK}\alpha$ 線を用的、粉末X線回折法で測定した場合に少くとも 4.4° 、 8.0° 、 11.9° 及び 16.4° の回折X線のピークを示すアスパルテーム結晶を、飲料、飲料原液及び/又は飲料用水に溶解せしめることを特徴とするアスパルテーム含有飲料の製造法。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、アスパルテーム含有飲料の製造法に関する。

[従来の技術]

アスパルテーム(α-L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル)は、シロ糖とよく似た甘味質でさわやかな甘味を有する低カロリー甘味料として、卓上用、炭酸飲料等に用いら

れている。

従来、卓上用にアスパルテームを用いる場合の問題点として水への分散性が低く、溶解速度も遅い点が指摘されており、かかる問題点の解決法としては、主として溶解度の高い賦形剤との組合せ、例えば、コーンシラップ固形物とアスパルテームを含有する水溶液を乾燥する(特公昭57-4294)、賦形剤とアスパルテームを粉末状で造粒する(特開昭57-150361)をはじめとする方法が知られている。

一方、飲料へのアスパルテーム利用上の問題点としては、瓶詰又は缶詰として水溶液状態で長期間保存されることから、保存中のアスパルテームの安定性が最大の課題であり、アスパルテームをシクロデキストリンで包埋する(特開昭59-267)等の安定化方法が提案されている。

[発明が解決しようとする問題点]

しかしながら、アスパルテームの飲料への利用においては、卓上用とは別の観点で溶解、分散性が大きな問題となる。即ち、工業的規模での依

料の生産では、水又は飲料原液へアスパルテームを予め溶解する必要があるが、一般に、アスパルテーム原末の溶解速度は、温度やpHにより変化し、室温(20℃)の水(pH3~7)への溶解に30~60分間を要する場合があります、生産効率が著しく低下する。

アスパルテーム原末の溶解速度は、上記の如き賦形剤との組合せにより改善できるが、飲料の工業的生産へのかかる改善方法の適用は、早上用途とは異なり、コスト、効率等からみて必ずしも好ましくない。

従って、アスパルテーム含有飲料の製造においては、アスパルテーム原末そのものの溶解速度の改善が依然重要な問題点として、その解決が待たれている。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明者らは、上記問題点の解決につき鋭意研究を重ねた結果、意外にも、アスパルテーム原末として、既知の結晶形の内、特定の結晶を用いると、温度、pHの如何にかかわらず、経時7分以内

(3)

より得られる。

CuK α 線を用い粉末X線回折法で測定したI₁型結晶のX線回折図形を第1図に、I_{1A}型結晶のX線回折図形を第2図に、II₁型結晶のX線回折図形を第3図に、そしてII₂型結晶のX線回折図形を第4図にそれぞれ示す。図から明らかな如く、I₁型結晶における4.4°、8.0°、11.9°及び16.4°の回折角度にあらわれるピークは、I_{1A}型及びII₁型の結晶にはないところから、I₁型結晶はこれらの回折X線によってI_{1A}型結晶、II₁型結晶及びII₂型結晶と区別することができる。

また、温度34℃、相対湿度78%における平衡水分量は、I₁型結晶は約2~6%程度、I_{1A}型結晶は約6%以上であり、この範囲内では湿度に応じて連続的に変化する。一方、II₁型結晶は約0.9~3%程度であり、II₂型結晶は約0.9%以下であって、この範囲内では湿度に応じて連続的に変化する。

アスパルテーム結晶の晶析法については特に限定されるものではないが、好ましくは、アスパル

(5)

に完全に溶解するとの知見に到り、本発明を完成したものである。

即ち、本発明は、甘味料の全部又は一部としてアスパルテームを含有する飲料の製造においてCuK α 線を用い、粉末X線回折法で測定した場合に少くとも4.4°、8.0°、11.9°及び16.4°の回折角度に回折X線のピークを示すアスパルテーム結晶を、飲料、飲料原液及び/又は飲料片に溶解せしめることを特徴とするアスパルテーム含有飲料の製造法である。

本発明で使用するアスパルテーム結晶は、CuK α 線を用い粉末X線回折法で測定した場合に、少なくとも、4.4°、8.0°、11.9°及び16.4°の回折X線のピークを示す(以下アスパルテームI₁型結晶と略称する)。従来既知のアスパルテーム結晶には、I₁型の他に3種類、即ち、I_{1A}型結晶、II₁型結晶及びII₂型結晶が存在する。通常の品物で得られる湿結晶はI_{1A}型であり、本発明で使用するI₁型結晶は、具体的には、例えば、I₁型結晶を低温(一般的には80℃より低温)で乾燥するとに

(4)

テームの水溶性原液よりこれを冷却晶析するにあたって、冷却後の析出固相が存在する溶液に対して約10%以上となるように初期濃度を決定し、溶液全体を見掛け上氷菓(シャーベット)状の疑似固相となるように、機械的攪拌等の強制運動を与えることなく、伝導伝熱により冷却し、疑似固相生成後必要によりさらに冷却を行う方法により、かかる晶析法で得られる微細な針状晶が束をなし見掛け上ひとつの結晶を形成している状態のものを低温乾燥する。

本発明の対象となる飲料は、コーラ、サイダー、フロンジャーエール、ルートビアその他の炭酸飲料、果実飲料、乳飲料、乳酸飲料、乳酸菌飲料、コーヒー、紅茶、ココア、リキョール、ワイン、汁粉その他の飲料類(缶入り、瓶入り、パック詰、濃縮タイプ等その形態を問わない)であり、甘味を有する飲料であればすべて含まれる。

甘味料としては、上記アスパルテーム単独でも、その他の甘味料、例えば、シロ糖、異性化糖、グルコース、フラクトース、還元麦芽糖、ソルビト

(6)

ール、[カッブリングシュガー]、フラクトオリゴ糖、パラチノース、サッカリン、アセスルファムカリウム、ステビオサイド、グリコシルステビオサイド、レバウディオサイド、ソーマチン、アリテーム、その他の甘味料との併用でもよい。

アスパルテームⅠ_B型結晶は、飲料、飲料原液、飲料用水のいずれかに添加、溶解せしめる。本発明のⅠ_B型結晶の場合、常温で中性のpHでも溶解速度が速いので、飲料用の水への添加に適する。従って、本発明の飲料の好ましい製法の例としては、酸味料、フレーバー、その他の適当な飲料成分からなる飲料原液とアスパルテームⅠ_B型晶を予め溶解させた飲料用水とを混合し、カーボネーション等必要な処理を行う。

〔発明の効果〕

本発明方法によれば、pH、温度等の調整、更には、溶解助剤の併用等を必要とすることなく、短時間にアスパルテームを水に溶解可能であり、効率よく、アスパルテーム含有飲料を工業生産することができる。

(7)

〔実施例〕

クエン酸緩衝液(クエン酸1.1g pH2~8)を各500mlになるようにビーカーに入れ、アスパルテーム各1.25gを投入し、恒溫槽(「PROSTUDY MODEL EPS-47」東洋製作所製)にて水温を20℃又は40℃に保持しつつ高速ミキサー(「ハイスターラ H1-15 東京理化器械製)で回転数600rpmで攪拌し、アスパルテーム結晶(Ⅰ_B型又はⅡ_A型)が完全に溶解するまでの時間を観察により測定した。

結果は、第5図(20℃)及び第6図(40℃)に示すように、Ⅱ_A型結晶がpH及び温度により溶解時間が大きく変化し、かつ、いずれの条件下でも5分以上、場合によっては50分以上を要するのに対し、本発明のⅠ_B型結晶においては、いずれの条件下でも経時7分以内で、完全に溶解することができた。

(9)

〔製造例1〕

アスパルテーム塩酸塩の結晶18.5gを水250mlに常温で溶解せしめた後、10%炭酸ナトリウム溶液でpH5.0に中和しアスパルテーム結晶を析出せしめた。この結晶を遠心分離機によって分離し更に水洗した後、取得した結晶を70℃に加熱した酸圧乾燥器中で一夜乾燥し、11.8gの結晶を得た。得られた結晶の粉末X線回折を測定したところ、Ⅰ_B型の結晶型を示した。

〔製造例2〕

アスパルテーム500gを水12ℓに60℃で溶解し、攪拌下において5℃まで冷却して結晶を析出せしめた後、結晶を遠心分離機によって分離し、湿結晶677g(水分48.3%)を得た。この湿結晶500gを有効通気乾燥面積0.08m²の通気乾燥器に入れ、熱風温度90℃、風速10m/minの条件下で1時間乾燥を行った。尚、終了時の熱風温度は87℃で略一定温度に達していた。

取得した結晶を粉砕し、粉末X線回折を測定したところ、Ⅱ_A型結晶を示した。

(8)

〔実施例1〕

第1表

最終濃度(%) (シロップ濃度(%))		
アスパルテーム	0.05	(0.25)
クエン酸(結晶)	0.16	(0.8)
クエン酸ナトリウム	0.08	(0.4)
レモンライム香料	0.1	(0.5)
水	最終100にする	

第1表の配合に従い、アスパルテーム結晶Ⅰ_B型又はⅡ_A型)を水に投入し(アスパルテーム濃度0.4%、水温20℃)、プロペラ型攪拌機で攪拌し(600rpm)、アスパルテーム結晶が完全に溶解するまでの時間を測定した(第2表)。

得られたアスパルテーム水溶液、レモンライム香料及びクエン酸とクエン酸ナトリウムを予め水に溶解したものとを混合して得た原液を水で5倍に希釈し、カーボネーションを行って、レモンライムの炭酸飲料を得た。

第2表

	Ⅰ _B	Ⅱ _A
溶解時間	6.5分	80分

(10)

〔実施例2〕

第 3 表

	最終濃度(%)
アスパルテーム	0.06
クエン酸(結晶)	0.27
オレンジ果汁(Y ₅ 濃縮)	2
オレンジ香料	0.1
水	最終100にする

第3表の配合に従い、実施例1と同様にしてアスパルテームI_B型結晶又はII_A型結晶の水溶液(アスパルテーム濃度0.25%、水温20℃)を調製し、アスパルテーム結晶の溶解時間を測定した(第4表)。

得られたアスパルテーム水溶液、別途調製したクエン酸水溶液、オレンジ果汁(5倍濃縮)、オレンジ香料及び水を混合し、9.5℃、3秒間殺菌、充填後冷却して果実飲料を得た。

(11)

調製し、アスパルテーム結晶の溶解時間を測定した(第6表)。

得られたアスパルテーム水溶液、牛乳、脱脂乳、リンゴ果汁、別途水に溶解したCMC及びクエン酸を混合、殺菌、冷却、充填してフルーツ乳飲料を得た。

第 6 表

	I _B	II _A
溶解時間	5.5分	5.4分

アスパルテーム；0.25%

水温；20℃

攪拌；プロペラ型攪拌機600rpm

4. 図面の簡単な説明

第1図～第4図はCuKα線をを用い粉末X線回折法で測定したアスパルテームのX線回折図形で、第1図はI_B型結晶、第2図はI_A型結晶、第3図はII_A型結晶及び第4図はII_B型結晶のX線回折図形をそれぞれ示す。第5図は20℃、第6図は

(13)

第 4 表

	I _B	II _A
溶解時間	5.5分	5.4分

アスパルテーム濃度；0.25%

水温；20℃

攪拌；プロペラ型攪拌機600rpm

〔実施例3〕

第 5 表

	最終濃度(%)
アスパルテーム	0.05
牛乳	20
脱脂乳	40
リンゴ果汁(ストレート)	20
クエン酸(結晶)	0.2
CMC	0.3
水	最終100にする

第5表の配合に従い、実施例1と同様にしてアスパルテームI_B型結晶又はII_A型結晶の水溶液(アスパルテーム濃度0.25%、水温20℃)を

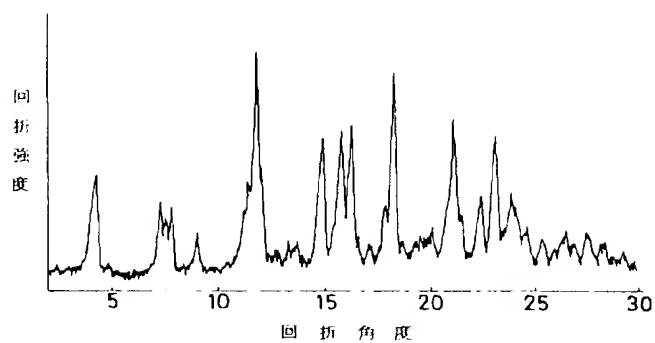
(12)

40℃におけるI_B型及びII_A型の溶解時間とpHの関係をそれぞれ示す。

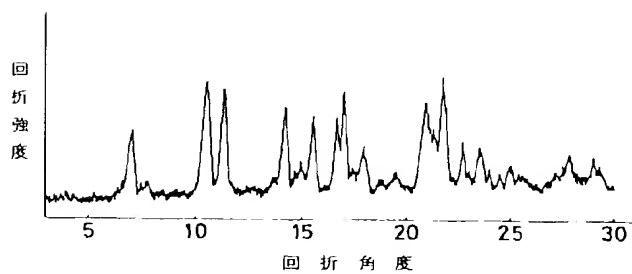
特許出願人 味の素株式会社

(13)

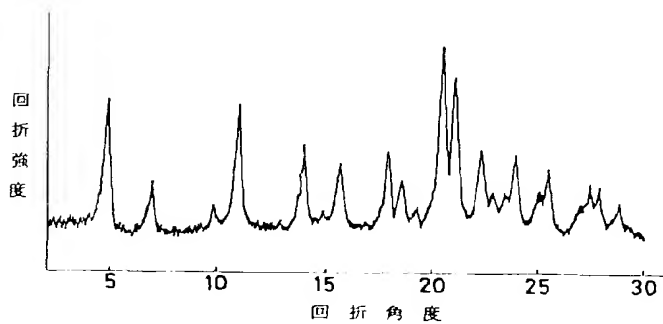
第 1 图



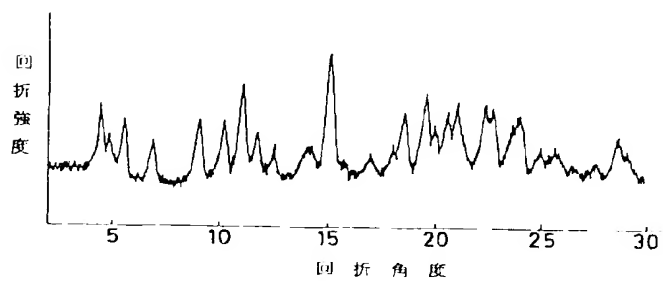
第 2 图



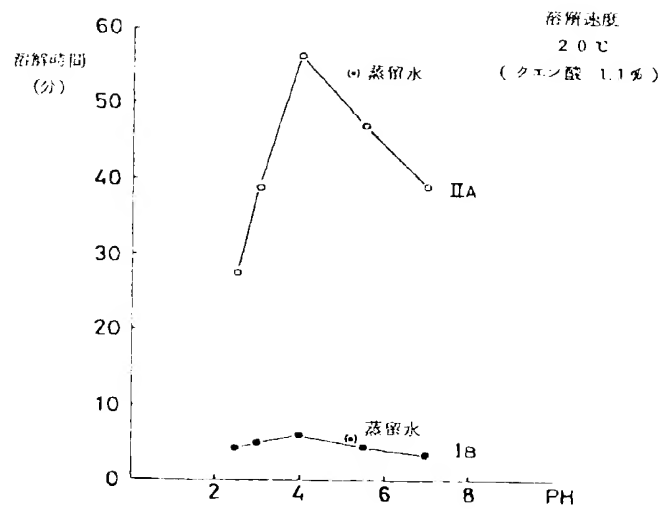
第 3 图



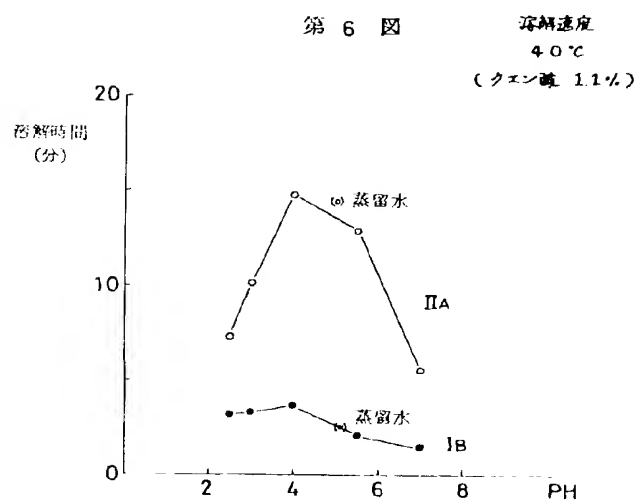
第 4 图



第 5 図



第 6 図



平成 1. 7. 17 発行

手 続 補 正 書

平成元年 4月 5 日

特許法第17条の2の規定による補正の掲載

昭和 62 年特許願第 7002 号(特開 昭
63-177774 号、昭和 63 年 7 月 21 日
発行 公開特許公報 63-1778 号掲載)につ
いては特許法第17条の2の規定による補正があっ
たので下記のとおり掲載する。 1 (1)

Int. Cl. 4	識別記号	序内整理番号
A23L 2/00		C-7235-4B
A23C 9/13		8114-4B
	3/156	8114-4B
A23F 3/16		6712-4B
	5/24	6712-4B
A23L 1/236		C-7236-4B
C12C 3/04		7803-4B

特許庁長官殿

1. 事件の表示
昭和 62 年特許願第 7002 号
2. 発明の名称
アスパルテーム含有飲料の製造法
3. 補正をする者
事件との関係 特許出願人
住 所 東京都中央区京橋一丁目5番8号
名 称 (006) 味の素株式会社
代表者 取締役社長 歌 田 勝 弘
4. 補正命令の日付 日 発
5. 補正により増加する発明の数 な し
6. 補正の対象 明細書の発明の詳細な説明の欄
7. 補正の内容
明細書第7頁第18行、「氷に」を「氷に」に
訂正する。

